

**Magnetische und elektronenmikroskopische Untersuchungen
zum plastischen Verhalten von vielkristallinem Nickel**

INAUGURAL-DISSERTATION

zur Erlangung

der Doktorwürde der Hohen Naturwissenschaftlichen Fakultät

der Ludwig-Maximilians-Universität zu München

vorgelegt von

Gerhard Zankl

aus Bad Reichenhall

Januar 1963

Berichterstatter: Prof. Dr. W. Rollwagen

Prof. Dr. A. Faessler

Tag der mündlichen Prüfung: 27. Februar 1963

Magnetische und elektronenmikroskopische Untersuchungen zum plastischen Verhalten von vielkristallinem Nickel*

Von G. ZANKL

Aus dem II. Physikalischen Institut der Universität München
(Z. Naturforsch. 18 a, 795—809 [1963]; eingegangen am 22. April 1963)



An vielkristallinen Nickeldrähten wurden die Remanenz, die Koerzitivkraft und die Dehnung in Abhängigkeit von der Spannung gemessen, sowie die bei der plastischen Verformung auftretenden Oberflächenerscheinungen lichtmikroskopisch und elektronenmikroskopisch verfolgt. Dabei fanden wir:

a) Die Spannungs-Dehnungs-Kurve von vielkristallinem Nickel läßt sich auf Grund der magnetischen und mechanischen Messungen in drei Bereiche einteilen.

b) Jedem Bereich sind charakteristische Oberflächenerscheinungen zugeordnet.

Im einzelnen erhielten wir folgende Ergebnisse:

1. Die plastische Verformung setzt nicht einheitlich in sämtlichen Körnern ein, sondern erstreckt sich auf ein Verformungsintervall bis zu einer Gesamtdehnung von 0,1%, wobei die Verformung in großen Körnern beginnt und sich dann auf die übrigen Körner ausdehnt. — Es liegt immer Mehrfachgleitung vor.

2. Der Verfestigungsbereich 1 reicht bis zu einer Dehnung von etwa 1% und ist charakteristisch für den Vielkristall. Die Länge der Gleitlinien ist gleich dem jeweiligen Korndurchmesser. Es werden stets mehrere Gleitsysteme in den einzelnen Körnern betätigt. Die Abgleitung pro Gleitstufe beträgt im Mittel 75 Å und ist im Rahmen der Meßgenauigkeit unabhängig von der Verformungstemperatur und der Korngröße.

3. Der Bereich 2 erstreckt sich von 1% Dehnung bis etwa 5%. Die Gleitlinienlänge nimmt in derselben Weise ab, wie es bei Einkristallen im Verfestigungsbereich II gefunden wird. Wir beobachten eine Aufteilung der Körner in einzelne Gebiete, in denen jeweils ein Gleitsystem vorherrschend betätigt wird. Die Gleitlinien treten gebündelt auf, was bei höheren Spannungen zu Gleitbändern und Deformationsbändern führt.

4. Im Bereich 3, der bei einer Dehnung von etwa 5% einsetzt, wird stark zunehmende Quergleitung beobachtet. Der Beginn von Bereich 3 läßt sich quantitativ mit dem Beginn von Bereich III der Einkristallverfestigungskurve vergleichen.

Die plastische Verformung von Metallen geschieht durch Gleitvorgänge, die an die Existenz von Versetzungen im Metall gebunden sind¹. In zahlreichen Untersuchungen an Einkristallen hat man wesentliche Eigenschaften der Versetzungen und ihrer Wechselwirkungen ermittelt, und unter Ausnutzung dieser Kenntnisse gelingt es heute weitgehend, die Verfestigungskurve eines kubisch-flächenzentrierten Einkristalls zu verstehen².

Wir haben uns nun die Aufgabe gestellt, die Besonderheiten des Vielkristalls bei der plastischen Verformung an Nickel zu untersuchen. Dazu führten wir mechanische und magnetische Messungen und elektronenmikroskopische Beobachtungen aus.

In einer früheren Arbeit stellten wir bereits den

starken Einfluß einer plastischen Verformung auf die Remanenz von Nickel fest³, und wir haben vor kurzem darauf hingewiesen, daß magnetische Messungen klarere Aussagen über das plastische Verhalten des Nickel-Vielkristalls liefern, als es mit mechanischen Messungen allein möglich ist⁴.

Bei Einkristallen hat sich für die Aufklärung der Verformungsvorgänge die elektronenmikroskopische Methode der Oberflächenbeobachtung besonders bewährt^{5, 6}. Wesentlicher Inhalt unserer Untersuchungen wird es daher sein, die bei einer plastischen Verformung auftretenden Oberflächenerscheinungen zu studieren und zu versuchen, sie der Spannungs-Dehnungs-Kurve von vielkristallinem Nickel zuzuordnen.

* Dissertation, München 1963.

¹ E. OROWAN, Z. Phys. 89, 634 [1934]. — M. POLANYI, Z. Phys. 89, 660 [1934]. — G. I. TAYLOR, Proc. Roy. Soc., Lond. A 145, 362 [1934].

² A. SEEGER, Handbuch der Physik VII/2 [1958]. — L. M. CLAREBROUGH u. M. E. HARGREAVES, Progr. Met. Phys. 8, 1 [1959].

³ CH. SCHWINK u. G. ZANKL, Z. Phys. 158, 181 [1960].

⁴ CH. SCHWINK u. G. ZANKL, Phys. Stat. Sol. 2, K 241 [1962].

⁵ S. MADER, Z. Phys. 149, 73 [1957].

⁶ H. WILSDORF u. D. KUHLMANN-WILSDORF, Z. angew. Phys. 4, 361, 409, 418 [1952].

I. Bisherige Untersuchungen zur Vielkristallplastizität

1. Der Beginn der plastischen Verformung

Beim Vielkristall beobachtet man bereits unterhalb der makroskopischen Fließgrenze bleibende Verformungen und bei vielen Untersuchungen findet man einen stetigen Übergang vom elastischen zum plastischen Bereich der Spannungs-Dehnungs-Kurve. Das Gebiet der „Mikrodehnungen“ von 10^{-6} bis 10^{-4} wurde von VREELAND, WOOD und CLARK⁷, THOMAS und AVERBACH⁸ sowie BROWN und LUKENS⁹ an kubisch-flächenzentrierten und -raumzentrierten Kristallen näher untersucht. Nach der Vorstellung von BROWN und LUKENS senden die in einem Kristallit vorhandenen Versetzungsquellen Versetzungsringe aus, die sich an den Korngrenzen stauen. Die Zahl der aufgestauten Versetzungen hängt von der Korngröße D und der wirksamen Spannung σ ab¹⁰. Unter der Voraussetzung, daß sich jeder einzelne Kristallit unabhängig von seinen Nachbarkörnern verformt, berechnen BROWN und LUKENS die Gesamtdehnung

$$\varepsilon = C \varrho D^3 (\sigma - \sigma_0) / G \sigma_0$$

und stellen gute Übereinstimmung mit dem Experiment fest (ϱ ist die Versetzungsquellendichte; σ_0 ist die Spannung, um eine Versetzungsquelle im günstigsten Gleitsystem zu aktivieren; G ist der Schubmodul; C ist eine Konstante $\approx 1/2$).

2. Die Fließspannung

Für eine quantitative Deutung der makroskopischen Fließgrenze geht man von der Annahme aus, daß merkliches plastisches Fließen erst dann erfolgen kann, wenn die Versetzungsaufstauungen an der Korngrenze selbst neue Gleitvorgänge auslösen können. Dies kann auf zwei Arten geschehen:

a) Infolge eines Durchbruchs von Versetzungen durch die Korngrenze^{11, 12}: Erreicht die an der Korngrenze wirksame Spannung einen kritischen

Wert τ_{krit} , so soll ein Überlaufen der Versetzungen ins Nachbarkorn möglich sein, und neue Versetzungen können nachrücken. Für die aufzuwendende Schubspannung τ_0 ergibt sich dann¹³:

$$\tau_0 - \tau_s = \sqrt{G b \cdot \tau_{\text{krit}} / 2 \pi D}.$$

b) Durch Aktivierung von neuen Versetzungsquellen^{14, 15}: Eine Versetzungsaufstauung an der Korngrenze erzeugt in ihrer Umgebung ein Spannungsfeld, das die Betätigung einer FRANK-READ-Versetzungsquelle der Länge x im Abstand y von der Korngrenze bewirken kann. Damit erhält man für die Schubspannung das Gesetz:

$$\tau_0 - \tau_s = (G b / x) \cdot \sqrt{y / D}.$$

In beiden Fällen ergibt sich für die Fließspannung σ_0 dieselbe Abhängigkeit von der Korngröße:

$$(\sigma_0 - \sigma_s) \sim 1 / \sqrt{D}.$$

Wenn auch diese Beziehung meist annähernd erfüllt ist, so konnte doch noch kein direkter experimenteller Nachweis für eins der beiden Modelle a) oder b) erbracht werden.

3. Die Spannungs-Dehnungs-Kurve

Es ist das Ziel einer Theorie der Vielkristallplastizität, den Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve $\sigma = f(\varepsilon)$ bei vorgegebenen Anfangsbedingungen qualitativ und quantitativ anzugeben. Unter den Anfangsbedingungen verstehen wir die Versetzungsstruktur der Probe vor der Versuchsdurchführung sowie die Angaben über Probengeometrie, Korngröße, Korngrößenverteilung, Textur, Verformungstemperatur und -geschwindigkeit.

Von SACHS¹⁶ wurde die naheliegende Annahme gemacht, daß sich ein Korn des Vielkristalls nach derselben Verfestigungskurve $\tau = f(a)$ wie ein entsprechend orientierter Einkristall verformt. Damit ergibt sich die vielkristalline Spannungs-Dehnungs-Kurve mit einem gemittelten Orientierungsfaktor $\bar{m}$ ¹⁷: $\sigma = \bar{m} f(\bar{m} \cdot \varepsilon)$. Für kubisch-flächenzentrierte Kristalle

⁷ T. VREELAND JR., D. S. WOOD u. D. S. CLARK, Acta Met. **1**, 414 [1953].

⁸ D. A. THOMAS u. L. AVERBACH, Acta Met. **7**, 69 [1959].

⁹ N. BROWN u. K. F. LUKENS, Acta Met. **9**, 106 [1961].

¹⁰ J. D. ESHELBY, F. C. FRANK u. F. R. NABARRO, Phil. Mag. **42**, 351 [1951].

¹¹ E. O. HALL, Proc. Phys. Soc., Lond. B **64**, 747 [1951].

¹² N. J. PETCH, J. Iron Steel Inst. **174**, 25 [1953].

¹³ Wir verwenden die folgenden Bezeichnungen: τ ist die Schubspannung und a die Abgleitung im betätigten Gleitsystem; σ ist die wirksame Spannung an der Probe und

ε ist die Dehnung der Probe ($\varepsilon = \Delta l / l_0$). Mit τ_s bzw. σ_s bezeichnen wir den Anteil der Fließspannung, der von Schneidprozessen herrührt; b ist der BURGERS-Vektor.

¹⁴ A. N. STROH, Phil. Mag. **46**, 968 [1955].

¹⁵ J. FRIEDEL, Les Dislocations, Gauthier Villars, Paris 1956.

¹⁶ G. SACHS, Z. Ver. dt. Ing. **72**, 734 [1928].

¹⁷ Der Orientierungsfaktor m bzw. $\mu = 1/m$ ist definiert durch $m = 1/\cos \lambda \cos \chi$, wobei λ der Winkel zwischen Stabachse und Gleitrichtung und χ der Winkel zwischen Stabachse und Gleitebenenormale ist.

beträgt $\bar{m} = 2,24$. Dieser Wert stellt sich bei einem Vergleich mit dem Experiment als zu niedrig heraus¹⁸.

Während sich ein Einkristall mittlerer Orientierung in der Regel mittels Einfachgleitung verformt — es wird nur eine Gleitebene und eine Gleitrichtung betätigt —, trifft diese Annahme für einen entsprechenden Kristalliten im Vielkristall nicht zu. Die Verformung muß volumenerhaltend ablaufen, was nur bei Betätigung mehrerer Gleitsysteme möglich ist. Wie v. MISES¹⁹ gezeigt hat, läßt sich mit 5 der 12 Gleitsysteme eine beliebige Formänderung eines kubisch-flächenzentrierten Kristalls ausführen.

TAYLOR²⁰ berücksichtigt die Vielfachgleitung und berechnet einen mittleren Orientierungsfaktor $\bar{m} = 3,06$ unter der Voraussetzung, daß die Verformung eines Korn geometrisch ähnlich der Verformung des Gesamtvolumens ist. Experimentell stellt man jedoch fest, daß sich die einzelnen Körner verschieden stark deformieren. Aus diesem Grund gehen BISHOP und HILL²¹ von der modifizierten Voraussetzung aus, daß die Verformungsarbeit eines Korn gleich der auf ein Korn bezogenen Verformungsarbeit der Gesamtprobe sein soll und gelangen dabei zu demselben Wert für den mittleren Orientierungsfaktor wie TAYLOR. KOCKS²² führt einen experimentellen Vergleich einer Aluminium-Vielkristallkurve mit der Verfestigungskurve eines nach $\langle 111 \rangle$ orientierten Einkristalls durch, für den Mehrfachgleitung beobachtet wird. Beide Kurven laufen parallel und können sogar zur Deckung gebracht werden, wenn man von der Einkristallkurve den Anfangsbereich bis etwa 1% Dehnung abzieht.

Berechnungen von GREENOUGH²³ ergeben, daß sich bereits bei kleinen Verformungen auf Grund der Streckgrenzenunterschiede der verschieden orientierten Körner ein Eigenspannungssystem ausbildet, das in den einzelnen Kristalliten zu unterschiedlichen effektiven Spannungen führt. Es gelingt damit aber noch nicht, den Spannungszustand einer

Probe insbesondere bei starken Verformungen quantitativ zu erfassen^{24, 25}.

KRÖNER²⁶ hat nun eine Methode angegeben, mit der man den gesamten Spannungszustand einer polykristallinen Probe exakt berechnen kann, wenn man die sogenannten „Einkristall-Dehnungskurven“ für alle möglichen Orientierungen der Kristallite kennt. Diese „Einkristall-Dehnungskurven“ geben die Spannungs-Dehnungs-Kurve eines Einzelkristallits einer bestimmten Orientierung im vielkristallinen Verband an. Neben der Orientierung hängen diese Kurven aber auch noch von der Kristallitgröße ab, da durch deren Größe die Versetzungslaufwege beschränkt werden. Eine experimentelle Bestimmung dieser Einkristallkurven wird daher besonders schwierig sein.

Bei experimentellen Untersuchungen über den Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve von vielkristallinem Aluminium beobachten CRUSSARD, JAOUL und BRICOT²⁷ einen Übergangspunkt bei einer Dehnung von 1,4% und einer Spannung von 2,4 kp/mm², den sie mit einer Änderung im Verfestigungsmechanismus deuten. In ähnlicher Weise unterteilen DERNER und KAPPLER²⁸ die vielkristalline Verfestigungskurve von Aluminium in zwei Bereiche. FELTHAM und MEAKIN²⁹ versuchen ebenfalls, die Spannungs-Dehnungs-Kurve in Bereiche aufzuteilen. Sie finden für Kupfer einen linearen Anfangsteil bis etwa 1% Dehnung, dem sich ein parabolischer Bereich anschließt.

FRIEDEL³⁰ gibt eine theoretische Deutung für eine Bereichseinteilung. Die Annahme einer GAUSSschen Verteilung der Eigenspannungen, die durch die elastische Anisotropie im Vielkristall erzeugt werden, liefert für den Beginn der plastischen Verformung einen parabolischen Kurvenverlauf. Im Anschluß daran sollte die gleichzeitige Betätigung von mehreren Gleitsystemen zu einer raschen Bildung von LOMER-COTTRELL-Hindernissen führen und einen linearen Bereich II ergeben, wie ihn FELTHAM und

¹⁸ A. KOCHENDÖRFER, Plastische Eigenschaften von Kristallen und metallischen Werkstoffen, Verlag Springer, Berlin 1941.

¹⁹ R. v. MISES, Z. angew. Math. Mech. **8**, 161 [1928].

²⁰ G. I. TAYLOR, J. Inst. Metals **62**, 307 [1938].

²¹ J. F. W. BISHOP u. R. HILL, Phil. Mag. **42**, 414, 1298 [1951].

²² U. F. KOCKS, Acta Met. **6**, 85 [1958].

²³ G. B. GREENOUGH, Proc. Roy. Soc., Lond. A **197**, 556 [1949].

²⁴ C. M. BATEMANN, Acta Met. **2**, 451 [1954].

²⁵ E. MACHERAUCH u. P. MÜLLER, Naturw. **44**, 389 [1957]. — K. KOLB u. E. MACHERAUCH, Naturw. **46**, 624 [1959].

²⁶ E. KRÖNER, Acta Met. **9**, 155 [1961].

²⁷ CH. CRUSSARD u. B. JAOUL, Rev. Mét. **47**, 589 [1950]. — CH. CRUSSARD, Rev. Mét. **50**, 697 [1953]. — B. JAOUL u. I. BRICOT, Rev. Mét. **52**, 629 [1955].

²⁸ P. DERNER u. E. KAPPLER, Z. Naturforsch. **14 a**, 1080 [1959].

²⁹ P. FELTHAM u. J. D. MEAKIN, Phil. Mag. **2**, 105, 1237 [1957].

³⁰ J. FRIEDEL, Proc. Roy. Soc., Lond. A **242**, 147 [1957]; Proc. Symposium on Internal Stresses and Fatigue in Metals, Elsevier, Amsterdam 1959, p. 220.

MEAKIN²⁹ für Dehnungen unter 1% finden. Den Beginn eines gekrümmten Teils III schreibt FRIEDEL dem Einsetzen von Quergleitung zu.

4. Zusammenfassung

Die theoretischen Überlegungen gehen weitgehend von dem Grundgedanken aus, daß die Verformung so ablaufen muß, daß das Volumen im Vielkristall erhalten bleibt. Von experimenteller Seite her wurde versucht, die Vielkristallkurve auf die Einkristallkurve zu beziehen, die bei starken Verformungen einander sehr ähnlich sind (HOWE und ELBAUM³¹, vgl. Abb. 1). Zu Beginn der plastischen Verformung ist die Verfestigung stets größer als beim Einkristall, was gewöhnlich damit erklärt wird, daß kein „easy-glide“-Bereich beim Vielkristall existieren kann. Über die tatsächlich ablaufenden Vorgänge – insbesondere bei schwachen Verformungen – konnte aber noch nichts ausgesagt werden. Nach den theoretischen Überlegungen von KRÖNER²⁶ kommen die typischen Vielkristalleigenschaften besonders bei Verformungen unter 1% zur Geltung; daher muß gerade dieser Bereich für eine Untersuchung der Vielkristallplastizität besonders wesentlich sein.

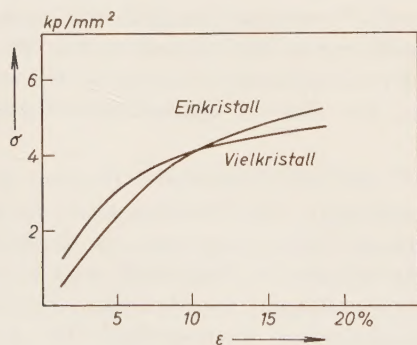


Abb. 1. Vergleich der Verfestigungskurve eines Aluminium-Vielkristalls mit der eines $\langle 111 \rangle$ -orientierten Einkristalls nach HOWE und ELBAUM³¹.

II. Experimentelle Grundlagen

Die Untersuchungsmethoden zur Kristallplastizität lassen sich in zwei Gruppen einteilen:

a) Untersuchungen über die Änderungen von Volumeneigenschaften. Hierunter fällt die Messung der Spannungs-Dehnungs-Kurve, des thermischen Ausdehnungskoeffizienten, des E -Moduls, der elektrischen Leitfähig-

keit sowie bei ferromagnetischen Materialien die Bestimmung magnetischer Kenngrößen, wie Koerzitivkraft, Anfangspermeabilität und Remanenz.

b) Untersuchungen über die Oberfläche bzw. oberflächennaher Bereiche und deren Veränderungen. Hierzu gehören röntgenographische Untersuchungen, die elektronenmikroskopische Betrachtung von Oberflächenabdrücken, Beobachtungen mit Hilfe der Ätzgrübchentechnik. Auch das elektronenmikroskopische Durchstrahlungsverfahren für dünne Schichten soll zu dieser Gruppe gezählt werden.

Es ist zweckmäßig, für eine Untersuchung am gleichen Material Methoden aus beiden Gruppen auszuwählen, um sowohl über die Einzelprozesse bei der plastischen Verformung aus Oberflächenuntersuchungen als auch über das Gesamtverhalten aus einer Volumengröße Aussagen zu erhalten.

Wir wählten für unsere Untersuchungen aus:

Zu a):

1. Die Spannungs-Dehnungs-Kurve.

Sie konnte sowohl statisch mit Hilfe einer einfachen Ziehvorrichtung als auch dynamisch an einer Instron-Verformungsapparatur aufgenommen werden (gewählte Dehngeschwindigkeit: $1,7 \cdot 10^{-4}$ /sec). Es war möglich, die bleibende Dehnung auf $2 \cdot 10^{-5}$ genau zu messen. Die Versuche konnten bei Zimmertemperatur und bei 90 °K ausgeführt werden.

2. Die Remanenz und die Koerzitivkraft.

Diese Messungen erfolgten nach der ballistischen Methode; die Versuchsdurchführung beschrieben wir bereits früher³. Die Meßgenauigkeit betrug 0,5%.

Zu b):

Die elektronenmikroskopische und lichtoptische Oberflächenuntersuchung.

Dazu stellten wir Platin-vorbeschattete Kohleabdrücke her und beobachteten sie mit einem Elektronenmikroskop UM 100 der Fa. Siemens. Die Orientierung von einzelnen Kristalliten bestimmten wir mit einer Ätzmethode im Auflichtmikroskop. Es gelang, die Orientierung von Kristalliten bis zu einer minimalen Korngröße von etwa 0,02 mm auf 2° genau auszumessen. Die experimentellen Einzelheiten beschreiben wir an anderer Stelle ausführlich.

Als Probenausgangsmaterial stand Nickeldraht der Fa. V a c u u m s c h m e l z e in zwei verschiedenen Reinheitsgraden zur Verfügung:

Ni-S (Carbonylnickel)³²,

Ni-L (Reinnickel mit Siliciumzusatz)³³.

Der Probendurchmesser betrug 2 mm, für elektronenmikroskopische und lichtoptische Untersuchungen wurden außerdem 3 mm starke Proben verwendet.

Wir führten die magnetischen Messungen in der Regel an 55 cm langen Proben durch; für die mikroskopischen Beobachtungen reichte eine Länge von 7 cm aus.

³¹ S. HOWE u. C. ELBAUM, Phil. Mag. 6, 37 [1961].

³² 0,01% C, 0,002% Fe, 0,002% Cu, 0,001% Si.

³³ 0,07% C, 0,02% Fe, 0,003% Cu, 0,20% Si, 0,02% Mg, 0,15% Co, 0,004% Mn.

Die Proben wurden in einem Rohrofen unter Wasserstoffschutzgas 2 Stunden lang geglüht. Mit höherer Glüh Temperatur nimmt dabei die Korngröße zu, wobei man bei derselben Glüh Temperatur um so größere Körner erhält, je reiner die Nickelsorte ist (vgl. Tab. 1). Die Schwankungen der Korngröße innerhalb einer Probe können recht beträchtlich sein. So finden wir bei Ni-S mit einem mittleren Korndurchmesser von 0,2 mm auch Körner bis zu 1,5 mm Größe. Um die Voraussetzungen für einen echten Vielkristall einzuhalten — Korngröße $\ll$ Probenabmessungen —, setzen wir daher den mittleren Korndurchmesser von 0,2 mm als die obere Grenze für unsere Untersuchungen an.

III. Ergebnisse

A. Mechanische und magnetische Untersuchungen

1. Die Meßergebnisse

Die Änderungen der Koerzitivkraft und der Remanenz wurden im entlasteten Zustand einer im statischen Zugversuch verformten Probe bestimmt. Wir vergleichen daher diese Messungen mit einer statisch gemessenen Spannungs-Dehnungs-Kurve.

Die Abb. 2 bis 5 zeigen die relative Remanenz I_R/I_S und die Koerzitivkraft sowie die Dehnung

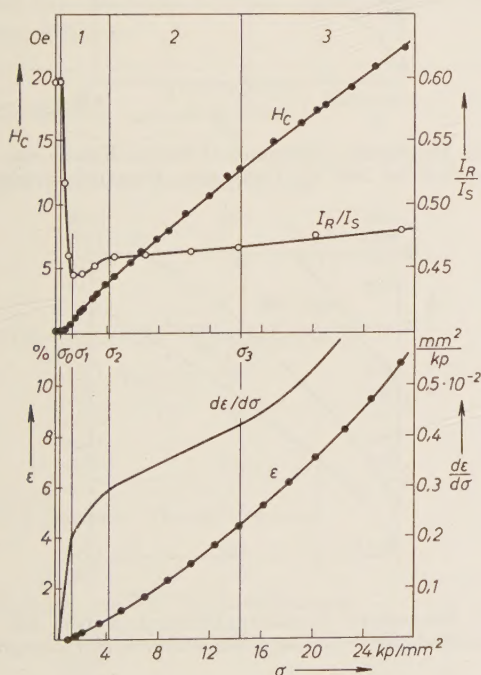


Abb. 2. Koerzitivkraft H_c , relative Remanenz I_R/I_S , Dehnung ϵ und Dehnungszunahme ($d\epsilon/d\sigma$) in Abhängigkeit von der Reckspannung für Ni-S mit einer Korngröße von 0,2 mm (Verformungstemperatur $T=293^\circ\text{K}$).

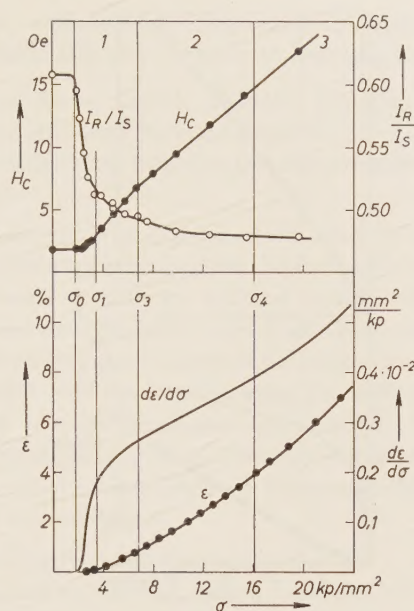


Abb. 3. Koerzitivkraft H_c , relative Remanenz I_R/I_S , Dehnung ϵ und Dehnungszunahme ($d\epsilon/d\sigma$) in Abhängigkeit von der Reckspannung für Ni-S mit einer Korngröße von 0,04 mm ($T=293^\circ\text{K}$).

In der Abbildung muß es σ_2 und σ_3 statt σ_3 und σ_4 heißen.

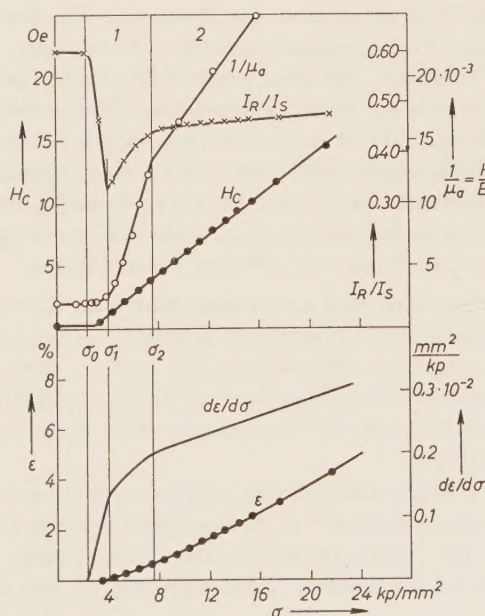


Abb. 4. Koerzitivkraft H_c , relative Remanenz I_R/I_S , reziproke Anfangspermeabilität $1/\mu_a$, Dehnung ϵ und Dehnungszunahme ($d\epsilon/d\sigma$) in Abhängigkeit von der Reckspannung für Ni-L mit einer Korngröße von 0,2 mm ($T=293^\circ\text{K}$).

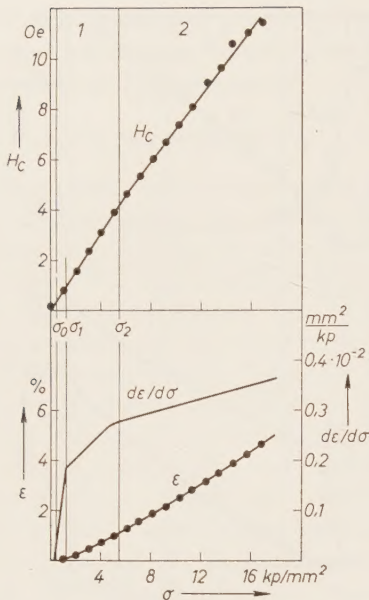


Abb. 5. Koerzitivkraft H_c , Dehnung ε und Dehnungszunahme ($d\varepsilon/d\sigma$) für Ni-S mit einer Korngröße von 0,2 mm bei einer Verformungstemperatur von 90 °K.

und deren erste Ableitung in Abhängigkeit von der Reckspannung bei den angegebenen Versuchsbedingungen.

Bei kleinen Spannungen bleibt der Ausgangswert der Koerzitivkraft und der Remanenz für den geglähten Probenzustand erhalten. Gleichzeitig mit dem Einsetzen der plastischen Verformung bei σ_0 ändern sich die beiden magnetischen Meßgrößen. Die Koerzitivkraft steigt nach einem stark gekrümmten Übergangsbereich linear bis zu einer Spannung σ_2 . Oberhalb von σ_2 läuft die Kurve ebenfalls linear, aber mit geringerer Steigung weiter. Bei einer Spannung σ_3 stellt man ein erneutes Abknicken fest.

Die Remanenz fällt unmittelbar nach dem Einsetzen der plastischen Verformung innerhalb eines kleinen Spannungsintervalls zwischen σ_0 und σ_1 stark ab. Sie erreicht bei σ_2 einen Wert von $I_R/I_S = 0,48 \pm 0,02$ und ändert sich für Spannungen über σ_2 nurmehr geringfügig.

Abb. 4 zeigt zusätzlich den reziproken Wert der Anfangspermeabilität³⁵ in Abhängigkeit von der Recklast. Die Anfangspermeabilität hängt nach der BECKER-KERSTENSCHEN Spannungstheorie eng mit

der Koerzitivkraft zusammen³⁶. Auch hier ist ein deutlicher Knickpunkt bei σ_2 erkennbar.

Die ausgezeichneten Punkte σ_0 bis σ_3 hängen stark vom Probenausgangsmaterial und den Versuchsbedingungen ab (vgl. Tab. 1). Im Gegensatz dazu sind die Dehnungen bei den Spannungen σ_1 bis σ_3 für die verschiedenen Kurven nahezu gleich:

$$\varepsilon_1 = (0,1 \pm 0,02)\%, \quad \varepsilon_2 = (1 \pm 0,2)\%, \quad \varepsilon_3 = (5 \pm 0,5)\%.$$

Die dynamischen Spannungs-Dehnungs-Kurven zeigen ebenfalls eine starke Abhängigkeit von der Korngröße, der Verformungstemperatur, der Reinheit und zusätzlich noch von der Verformungsgeschwindigkeit – s. Abb. 6 bis 8. Das Gemeinsame dieser Kurven ist jedoch, daß sich – ähnlich wie bei den statischen Spannungs-Dehnungs-Kurven –

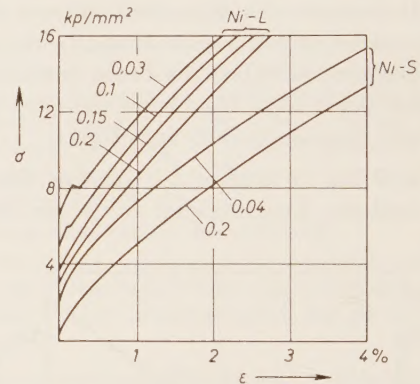


Abb. 6. Dynamische Spannungs-Dehnungs-Kurven von Ni-L und Ni-S bei 293 °K; Parameter: Korngröße in mm.

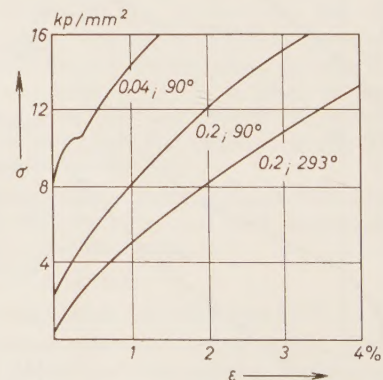


Abb. 7. Dynamische Spannungs-Dehnungs-Kurven von Ni-S bei verschiedenen Verformungstemperaturen und Korngrößen.

³⁴ Gemessen wurde die scheinbare Remanenz beim äußeren Feld $H_a = 0$. Der Einfluß des entmagnetisierenden Feldes von den Probenenden blieb unberücksichtigt (vgl. ³).

³⁵ Für die Messungen der Anfangspermeabilität danke ich Herrn Dr. H. MURMANN.

³⁶ R. BECKER u. W. DÖRING, Ferromagnetismus, Verlag Springer, Berlin 1939.

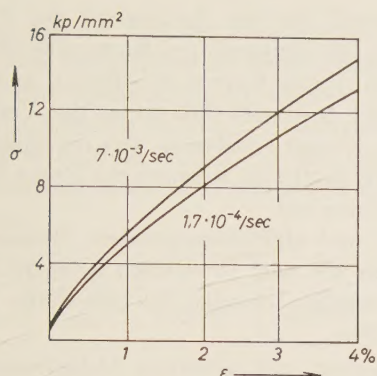


Abb. 8. Dynamische Spannungs-Dehnungs-Kurven von Ni-S (Korngröße: 0,2 mm) bei 293 °K; Parameter: Dehngeschwindigkeit.

durch Bildung von $d\varepsilon/d\sigma$ eine einheitliche Bereichseinteilung durchführen läßt (Tab. 1). Unter bestimmten Bedingungen (kleine Korngröße, tiefe Verformungstemperatur, starke Verunreinigungen) treten Streckgrenzeneffekte auf, die wir jedoch in unsere Untersuchungen nicht einbeziehen.

2. Die Bereichseinteilung der Spannungs-Dehnungs-Kurve

Die qualitative Übereinstimmung der Ergebnisse an den verschiedenen Proben erlaubt folgende allgemeinen Schlüsse:

a) Die vielkristalline Spannungs-Dehnungs-Kurve von Nickel läßt sich in mehrere Bereiche einteilen.

b) Man findet jeweils *dieselbe* Einteilung, wenn man die einzelnen Bereiche mit Hilfe der Remanenz, der Koerzitivkraft oder der Dehnungszunahme $d\varepsilon/d\sigma$ festlegt.

Dieses Ergebnis spricht sehr dafür, daß der getroffenen Einteilung physikalische Bedeutung zukommt. Wir fragen deshalb im weiteren danach, ob sich in den einzelnen Bereichen verschiedene Vorgänge innerhalb der Versetzungsstruktur abspielen, die das plastische Verhalten bestimmen. Zu diesem Zweck wenden wir die elektronenmikroskopische Untersuchungsmethode an, um die Oberflächenerscheinungen in den einzelnen Bereichen der Spannungs-Dehnungs-Kurve zu studieren.

Wir führen folgende Benennung ein:

Das Gebiet zwischen σ_0 und σ_2 , das sich bis zu einer Dehnung von 1% erstreckt, bezeichnen wir mit Bereich 1.

Den Teil der Verformungskurve zwischen σ_2 und σ_3 und einer Dehnung zwischen 1% und 5% nennen wir Bereich 2.

Deformationen über 5% für Spannungen größer als σ_3 gehören zu Bereich 3.

Proben-Nr.	Verformungs- temperatur °K	Glühtemp. °C	Korngröße mm	σ_0 kp/mm²	σ_1 kp/mm²	σ_2 kp/mm²	σ_3 kp/mm²
a) Ni-S (statische Versuchsführung)							
1 35/2	293	800	0,04	1,8	3,3	7,0	16,0
2 49/1-4		900	0,2	0,4	1,3	4,0	15
3 37/1	90	800	0,04	3,0	5,0	9,0	
4 41/1		900	0,2	0,4	2,2	5,5	
b) Ni-S (dynamische Versuchsführung)							
5 42/1	293	800	0,04	2,2	3,3	7,0	10,2
6 43/1		900	0,2	0,5	2,3	6,5	10,2
7 42/2	90	800	0,04	2,5	3,8	8,5	
8 43/2		900	0,2	0,5	2,8	7,0	
9 43/5*	293	900	0,2	0,5	2,5	6,5	11,8
c) Ni-L (statische Versuchsführung)							
10 48/1+2	293	1100	0,2	2,2	4,1	7,3	
d) Ni-L (dynamische Versuchsführung)							
11 42/3	293	800	0,03	6,3	8,2		
12 43/3		900	0,1	5,0	6,5		
13 44/1		1000	0,15	3,8	5,2	7,2	
14 45/1		1100	0,2	3,2	5,0	7,0	

* Dehngeschwindigkeit: $7 \cdot 10^{-3}/\text{sec}$.

Tab. 1.

B. Mikroskopische Untersuchungen

1. Die Erscheinungen in Bereich 1

a) Der Beginn der plastischen Verformung in einzelnen Körnern

Im Gegensatz zum Einkristall mit einer ausgeprägten kritischen Schubspannung finden wir beim Vielkristall einen allmählichen Übergang zum plastischen Verhalten.

Wir führten Beobachtungen im Auflichtmikroskop durch und stellten fest, daß die plastische Verformung eines Vielkristalls damit beginnt, daß zunächst in *einzelnen* Körnern Abgleitungen auftreten. Die Zahl der an der Verformung beteiligten Körner wächst so lange, bis bei der Spannung σ_1 in *sämtlichen* Körnern Abgleitungen stattfinden.

In diesen Bereich fällt auch der starke Remanenzabfall, der steile Anstieg der Funktion $d\varepsilon/d\sigma = f(\sigma)$, sowie die starke Krümmung von $H_c = f(\sigma)$. Wie man den Abb. 9 und 10 entnimmt, stimmt das Span-

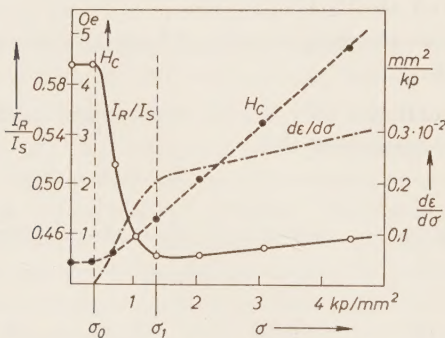


Abb. 9. Relative Remanenz I_R/I_S , Koerzitivkraft H_c und Dehnungszunahme ($d\varepsilon/d\sigma$) für kleine Reckspannungen (Ni-S, Korngröße: 0,2 mm).

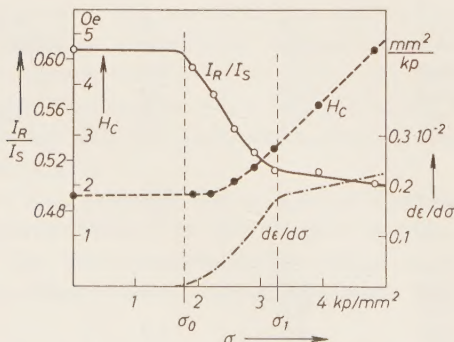


Abb. 10. Relative Remanenz I_R/I_S , Koerzitivkraft H_c und Dehnungszunahme ($d\varepsilon/d\sigma$) für kleine Reckspannungen (Ni-S, Korngröße: 0,04 mm).

nungsintervall für den Anfangsteil der 3 Kurven quantitativ bei der jeweiligen Korngröße überein.

Der Verlauf dieser Kurven zwischen σ_0 und σ_1 wird also dadurch bestimmt, daß die an der Verformung beteiligten Körner zunehmen; von der Spannung σ_1 an treten in sämtlichen Körnern der Probe plastische Deformationen auf.

Mit licht- und elektronenoptischen Beobachtungen untersuchen wir nun, in welchen Körnern die Verformung *zunächst* einsetzt. Es gibt dafür folgende Möglichkeiten:

a) In Körnern mit günstiger Orientierung eines Gleitsystems relativ zur Stabachse, d. h. in denen die wirksame Schubspannung am größten ist.

b) In Oberflächenkristalliten. Bei ihnen sind die Gleitversetzungen nach einer Richtung frei beweglich und können unbehindert aus dem Kristall austreten.

c) In Körnern, die groß gegenüber der mittleren Korngröße sind. In großen Körnern ist die Behinderung der Versetzungsbewegung durch die aufstauende Wirkung der Korngrenzen geringer als in kleinen.

Wir beobachten, daß die ersten Körner mit Gleitspuren tatsächlich besonders große Körner sind (Fall c); ein Einfluß der Orientierung ist nicht feststellbar. Mit wachsender Verformung treten dann bevorzugt Abgleitungen auf den Körnern auf, die sich in der Nähe solcher großen Kristallite befinden. Die Möglichkeit, daß auf Oberflächenkörnern Gleitspuren auf Grund von geringeren Gleitschritten pro Gleitlinie nicht erkannt werden, schließen wir mit Hilfe unserer elektronenmikroskopischen Untersuchung aus: Die Stufenhöhe einer Gleitlinie ist unabhängig von der Verformung (Abb. 15 und 16) und für verschiedene Korngrößen gleich groß.

Neben der Größe der Kristallite ist auch deren Lage innerhalb der Probe von Bedeutung: In einer früheren Arbeit³ konnten wir zeigen, daß bei Beginn der plastischen Verformung in den Oberflächenschichten bevorzugt Gleitvorgänge einsetzen.

Die wesentliche Ursache für einen allmählichen Übergang zur plastischen Verformung aller Körner ist also in der Tatsache zu suchen, daß wir in einem Vielkristall stets eine bestimmte Korngrößenverteilung vorfinden, wobei sich große Körner — insbesondere große Oberflächenkörner — als erste plastisch verformen.

Unsere Ergebnisse deuten wir so:

Geht man von der experimentell beobachteten Tat-

sache aus, daß die Zahl der Versetzungen pro Gleitlinie für alle Korngrößen im Mittel gleich ist, dann läßt sich eine Spannung $\sigma(D)$ angeben, bei der in einem Korn Gleitung auftritt³⁷. Diese kritische Fließspannung σ wird in Tab. 2 für die experimentell gefundenen maximalen und minimalen Korngrößen angegeben.

	Korngröße mm	$\sigma(D)$ kp/mm ²	σ_0 kp/mm ²	σ_1 kp/mm ²
$\bar{D}$	0,2	1,1	0,4	1,3
$D_{\max}$	1,0	0,4		
$D_{\min}$	0,1	2,2		
$\bar{D}$	0,03	6,2	1,8	3,3
$D_{\max}$	0,1	2,0		
$D_{\min}$	0,01	18,2		

Tab. 2.

In dem berechneten Spannungsintervall liegen tatsächlich die experimentell beobachteten Werte für σ_0 und σ_1 . Während die Übereinstimmung für σ_0 recht gut ist, fällt σ_1 etwa mit dem Wert zusammen, den wir für die mittlere Korngröße berechnen. Das läßt sich qualitativ leicht verstehen: Die plastischen Verformungen eines Korns bewirken gleichgroße elastische Verformungen von noch unverformten Nachbarkörnern. Bei der Dehnung $\varepsilon_1 = 10^{-3}$ bei σ_1 können diese elastischen Zusatzspannungen bis zu $\sigma = E \varepsilon_1 = 20 \text{ kp/mm}^2$ betragen. Wie man aus Tab. 2 ersieht, genügt diese Spannung, um bei σ_1 bereits die kleinsten Körner plastisch zu verformen.

b) Die elektronenmikroskopischen Beobachtungen*

Wesentliche Aussagen über die Vorgänge innerhalb der Versetzungsstruktur bei der plastischen Verformung liefern die folgenden elektronenmikroskopisch meßbaren Größen:

Die Orientierung der betätigten Gleitebenen, die Gleitlinienlänge, die Gleitlinienverteilung auf der Oberfläche, die Abgleitung pro Gleitstufe.

1. Die Gleitsysteme

Die elektronenmikroskopischen Untersuchungen erlauben es uns, in Verbindung mit dem lichtoptischen Verfahren der Orientierungsbestimmung die in den einzelnen Kristalliten betätigten Gleitebenen zu be-

stimmen. Wir gehen dabei von der Tatsache aus, daß bei kubisch-flächenzentrierten Kristallen die (111)-Ebenen in erster Linie als Gleitebenen betätigt werden.

Unsere Untersuchung liefert folgende Ergebnisse: 1. In überwiegendem Maße werden bei den Oberflächenkörnern 2, 3 und 4 *Gleitebenen* betätigt (Mehrfachgleitung), s. Abb. 11 und 12. Über die Zahl der tatsächlich betätigten *Gleitsysteme* können wir keine Aussage machen, da die Gleitrichtungen in einer Gleitebene nicht bekannt sind.

2. Die Abgleitung auf sekundären Gleitebenen trägt zur Gesamtdehnung etwa gleich viel bei wie die Abgleitung auf den primären Gleitebenen. (Die primäre Gleitebene eines Kristallits ist die, in der die höchste Schubspannung auftritt.)

3. Mehrfachgleitung setzt mit der ersten plastischen Verformung ein. In diesem Bereich ($\varepsilon < 0,2\%$) wird auch ein Einzelfall von nichtoktaedrischer Gleitung beobachtet³⁸.

4. Das Gleitsystem, das die größte Dehnung bewirkt, ist nicht notwendigerweise das Gleitsystem mit der günstigsten Orientierung relativ zur Probenachse. Besonders in Korngrenzennähe findet man häufig stärkere Gleitung auf sekundären Gleitebenen, was man auf Abb. 13 deutlich erkennen kann.

Welche Auswirkungen ergeben sich, wenn wir unsere Aussagen auf das Innere der Probe erweitern wollen? Im Innern der Probe ist die gegenseitige Behinderung der einzelnen Körner bei der Verformung größer als an der Oberfläche. Wir erwarten daher, daß im Innern die Mehrfachgleitung noch mehr überwiegt als bei den Oberflächenkörnern; ähnliches dürfte auch für das Auftreten von nichtoktaedrischer Gleitung gelten.

2. Die Gleitlinienlänge

Die Bestimmung der Gleitlinienlänge liefert Aussagen über den Laufweg der Versetzungen im Kristall.

In zahlreichen Beobachtungen konnte sichergestellt werden, daß die Gleitlinienlänge in Bereich 1 durch die Abmessungen der einzelnen Körner bestimmt ist. Die Gleitlinien — insbesondere die des primären Systems — laufen mit unverminderter Stärke über die ganze Kornfläche hinweg und enden erst

³⁷ G. LEIBFRIED, Z. Phys. **130**, 214 [1951].

* Abb. 11—20 und 22—29 auf Tafel S. 804 a, b.

³⁸ Vgl. hierzu auch R. J. HARTMANN u. E. MACHERAUCH, Naturw. **45**, 540 [1958]; Z. Metallkde. **52**, 353 [1961].

in unmittelbarer Nähe der Korngrenze, wobei wir zwei Extremfälle beobachten können:

a) Die Gleitlinien werden vor der Korngrenze schwächer und sind an der Korngrenze gar nicht mehr zu erkennen (Abb. 14). Das bedeutet, daß sich die Versetzungen vor der Korngrenze aufstauen. Unmittelbare experimentelle Beweise dafür liefern Untersuchungen von JACQUET³⁹ und LIVINGSTON⁴⁰ mit Hilfe der Ätzgrübchentechnik und die elektronenmikroskopischen Durchstrahlungsexperimente an dünnen polykristallinen Metallfolien von HIRSCH, HORNE und WHELAN⁴¹.

b) Die Gleitlinien laufen in unverminderter Stärke bis an die Korngrenze und hören dort plötzlich auf. Bei elektronenmikroskopischer Durchstrahlung kann man ähnliche Erscheinungen feststellen⁴¹. Die Vermutung liegt nahe, daß die Versetzungen eine Umordnung in der Versetzungsstruktur der Korngrenze bewirken, wenn der BURGERS-Vektor der Gleitversetzung günstig zur Korngrenze orientiert ist.

3. Die Stufenhöhe

Die Abgleitung pro Gleitstufe läßt sich aus der Gleitlinienbreite d und der Gleitrichtung bestimmen: $s = d/\cos \alpha$, wenn α der Winkel zwischen d und der Gleitrichtung ist, der sich aus der stereographischen Projektion leicht ermitteln läßt. Die Schwankungen sind recht beträchtlich, es ergibt sich in Bereich 1: $s = (75 \pm 40) \text{ \AA}$.

Die Abgleitung pro Gleitstufe ist im Rahmen der Meßgenauigkeit unabhängig von der Recklast; für Ni-S mit einer Korngröße von 0,04 mm und an Proben, die bei 90 °K verformt wurden, erhält man denselben Mittelwert wie oben ($s = 75 \text{ \AA}$).

Für eine Theorie der plastischen Verformung ist die Frage von Bedeutung, ob eine einmal gebildete Gleitstufe bei einer Spannungserhöhung weiterwächst. Hierzu 2 Beobachtungen:

a) Abb. 15/16 und Abb. 17/18 zeigen, daß bei einer Zusatzverformung nur neugebildete Gleitlinien auftreten; ein Tiefenwachstum bei den bereits vorhandenen Gleitlinien kann nicht festgestellt werden.
b) Auch bei kleinen Zusatzspannungen haben die neu entstandenen Gleitlinien bereits die mittlere Gleitlinienbreite.

Beide Beobachtungen deuten darauf hin, daß eine Versetzungsquelle bei der plastischen Verformung nur einmal betätigt wird. Die Dehnung in Bereich 1 ergibt sich also aus der Zunahme der Zahl der betätigten Versetzungsquellen.

4. Die Gleitlinienverteilung auf der Oberfläche

Die Gleitlinienverteilung auf der Oberfläche unterscheidet sich wesentlich von den bekannten Erscheinungen bei Einkristallen im Verfestigungsbereich I. Beim Vielkristall entstehen zusätzliche Gleitlinien immer vollkommen regellos. Die an Einkristallen beobachtete Feingleitung mit annähernd gleichen Abständen zwischen zwei Gleitlinien tritt bei Vielkristallen nicht auf. Erst gegen Ende von Bereich 1 der Vielkristallkurve hat sich eine gleichmäßige Verteilung der Gleitlinien des primären und der sekundären Systeme auf dem ganzen Kristallit bzw. auf einzelnen Gebieten eines Kristallits eingestellt.

c) Die Vorgänge im Probeninnern

Wir wollen zunächst die Frage diskutieren, inwieweit die mitgeteilten Erscheinungen auch für das Innere der Probe zutreffend sind. Man kann zwei Gebiete getrennt betrachten:

1. Oberflächenkörner:

Aus der Beobachtung, daß die Gleitlinienlänge gleich dem Korndurchmesser ist, schließen wir, daß die Versetzungen im Korninnern bis nahe an die Korngrenzen laufen.

2. Probeninnere Körner:

Hier ist eine Entscheidung zwar schwieriger, doch können wir sie mit Hilfe der Meßresultate über die Koerzitivkraft und die Verfestigungskurve treffen. Beim Übergang von Bereich 1 zu Bereich 2 ändert sich die Steigung der Koerzitivkraft H_c mit der Spannung und ebenso die Steigung der Dehnungszunahme $d\varepsilon/d\sigma$ mit der Spannung. Gleichzeitig mit diesen Volumengrößen tritt auch eine Änderung der elektronenmikroskopisch beobachteten Oberflächenstrukturen auf, was im nächsten Kapitel gezeigt wird. Das läßt sich zwanglos nur dadurch erklären, daß die Oberflächenerscheinungen repräsentativ für die Vorgänge im Probeninnern und mit diesen gleichzusetzen sind.

³⁹ P. A. JACQUET, Acta Met. **2**, 752, 770 [1954].

⁴⁰ J. D. LIVINGSTON, Acta Met. **10**, 229 [1962].

⁴¹ P. B. HIRSCH, R. W. HORNE u. M. J. WHELAN, Dislocations

and Mechanical Properties of Crystals, J. Wiley, New York 1957, p. 92. — Über neuere Ergebnisse wurde referiert von H. ALEXANDER in Z. Metallkde. **51**, 202 [1960].



Abb. 11. Mehrfachgleitung im Verfestigungsbereich 1. $\epsilon = 0,3\%$, $\sigma = 1,65 \text{ kp/mm}^2$, $T = 293^\circ \text{K}$, Vergr. 5000.
 Abb. 12. Mehrfachgleitung im Verfestigungsbereich 1. $\epsilon = 0,7\%$, $\sigma = 4,5 \text{ kp/mm}^2$, $T = 90^\circ \text{K}$, Vergr. 5000.
 Abb. 13. Zusatzgleitung in Korngrenzennähe; Vergr. 10 000.
 Abb. 14. Gleitung in Korngrenzennähe; Schwächerwerden von Gleitlinien vor der Korngrenze; Vergr. 10 000.

Abb. 15 und 16. Die Entstehung von Gleitlinien im Anfangsteil von Bereich 1. Beide Abb. zeigen denselben Oberflächenbereich (Abb. 15: $\epsilon = 0,05\%$; Abb. 16: $\epsilon = 0,1\%$), $T = 293^\circ \text{K}$, Vergr. 15 000.
 Abb. 17 und 18. Die Entstehung von Gleitlinien im Verformungsbereich 1. Beide Abb. zeigen denselben Oberflächenbereich (Abb. 17: $\epsilon = 0,7\%$, $\sigma = 4,5 \text{ kp/mm}^2$; Abb. 18: $\epsilon = 1,2\%$, $\sigma = 7,5 \text{ kp/mm}^2$); $T = 90^\circ \text{K}$, Vergr. 15 000.

Abb. 19. Lichtmikroskopisches Oberflächenbild nach Verformung in Bereich 1. $\epsilon = 0,8\%$, $\sigma = 5,7 \text{ kp/mm}^2$, $T = 293^\circ \text{K}$, Vergr. 200.
 Abb. 20. Dasselbe Stücker wie bei Abb. 19 nach Verformung in den Bereich 2 hinein; die Gleitlinien im vollen Bereich wurden vor der Zusatzverformung elektrolytisch abpoliert. $\epsilon = 0,8$ bis $1,2\%$, $\sigma = 5,7$ bis $7,1 \text{ kp/mm}^2$, $T = 293^\circ \text{K}$, Vergr. 200.

sprechender Weise finden wir eine Proportionalität von H_c zu σ für vielkristallines Nickel (vgl. Abb. 2 bis 5).

4. Die latente Verfestigung von sekundären Gleitsystemen:

Reaktionen von Versetzungen des primären und der sekundären Gleitsysteme ermöglichen die Bildung von LOMER-COTTRELL-Versetzungen; sie behindern die Gleitung stark und führen zu Versetzungsaufstauungen im Korninnern. Die Folge ist eine rasche Zunahme der Versetzungsdichte im primären System. Die dadurch erzeugte hohe Verfestigung von sekundären Systemen (latente Verfestigung) bestätigt die Beobachtung, daß keine nennenswerte Gleitung in diesen Systemen stattfindet.

5. Die Bildung von Gleitbändern:

Die Konzentrierung von Gleitlinien auf bestimmte Gebiete führt bei großen Spannungen zur Ausbildung von engbegrenzten Gleitbändern (Abb. 22 bis 24). Mehrere Gleitbänder können Gleitbandgruppen bilden, die oft nicht mehr der Richtung der Gleitbänder folgen (Abb. 25).

6. Der Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung:

Im Einkristallbereich II gilt die Linearität zwischen Schubspannung und Abgleitung recht gut sowohl für Kristalle mittlerer Orientierung als auch für verschiedene Verformungstemperaturen. Im Gegensatz dazu finden wir einen quadratischen Anstieg der vielkristallinen Spannungs-Dehnungs-Kurve im Verformungsbereich 2.

Der vielkristalline Verfestigungskoeffizient $d\sigma/d\varepsilon$ beträgt bei Beginn von Bereich 2 330 kp/mm² und sinkt bis auf etwa 200 kp/mm² am Ende von Bereich 2 ab. Bei Einkristallen mißt man bei einer mittleren Orientierung: $\Theta_{II} = d\tau/da = 22$ kp/mm² (s. Anm. ^{42, 46}) bzw. 24 kp/mm² ⁴⁴. Setzen wir die beiden Verfestigungskoeffizienten zueinander in Beziehung $d\sigma/d\varepsilon = \bar{m}^2 \cdot \Theta_{II}$, so berechnen wir $\bar{m} = 3,8$ für den Beginn und $\bar{m} = 2,9$ am Ende von Bereich 2, was man mit dem theoretischen mittleren Orientierungsfaktor $\bar{m} = 2,24$ von SACHS ¹⁶ vergleichen muß. Die Verfestigung ist also — insbesondere für den Beginn von Bereich 2 — wesentlich größer als bei einem Einkristall mittlerer Orientierung.

Diese Tatsachen weisen darauf hin, daß in diesem Bereich zusätzlich zu den von Einkristallen her bekannten Erscheinungen noch typische Vielkristall-

eigenschaften für die Verfestigung maßgebend sind. Zusammenfassend können wir feststellen:

Eine Reihe von Eigenschaften sprechen dafür, daß sich im Vielkristallbereich 2 dieselben Versetzungsreaktionen abspielen wie im Bereich II der Einkristall-Verfestigungskurve. Das genügt jedoch nicht, um den speziellen Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve mit einfachen Überlegungen aus den Einkristallkurven abzuleiten.

c) Deutung

Wir sehen folgende Möglichkeit, unsere Ergebnisse zu deuten:

Die Vielkristallbedingung der Volumenerhaltung läßt sich in Bereich 1 praktisch leicht erfüllen durch Mehrfachgleitung; in Bereich 2 ist das auf Grund der starken Verfestigung der sekundären Gleitsysteme nicht mehr möglich. Die Spannungen, die an den Korngrenzen wirksam werden, können dann so stark werden, daß eine direkte Wechselwirkung mit dem Nachbarkorn eintreten kann.

Die in Bereich 1 infolge Versetzungsaufstauungen aufgebaute starke Verfestigung des Korngrenzenbereichs (es treten bei σ_2 Schubspannungen an der Korngrenze bis zu $\tau = 40$ kp/mm² auf) wird an einzelnen Stellen der Korngrenze dadurch abgebaut, daß im Nachbarkorn Gleitung induziert wird. Es kann allerdings nicht mehr ein beliebiges Gleitsystem im Nachbarkorn betätigt werden, sondern in der Regel nur mehr das primäre. Um nun mit Hilfe des primären Systems eine beliebige Formänderung zu erreichen, gruppieren sich die eng begrenzten Gleitzonen zu Gleitbandgruppen, deren Orientierung unabhängig von der Orientierung der betätigten Gleitebene ist.

Dieser Spannungsabbau an der Korngrenze ebnet den Weg für eine weitere Verformung und bewirkt so eine Abnahme des Verfestigungskoeffizienten. Sein hoher Wert zu Beginn von Bereich 2 ist nach unserer Ansicht eine direkte Folge der starken Versetzungsaufstauungen an den Korngrenzen.

3. Die Erscheinungen in Bereich 3

a) Die elektronenmikroskopischen Beobachtungen

In Bereich 3 finden wir eine Weiterentwicklung der Erscheinungen, die wir bereits von Bereich 2 her kennen.

⁴⁶ P. HAASEN, Phil. Mag. 3, 384 [1958].

Die Gleitlinienlänge nimmt weiterhin ab (vgl. Abb. 21). Gleitbänder treten verstärkt in Erscheinung. Bei einzelnen Gleitbandgruppen beobachtet man wiederholt Abgleitungen in aufeinanderfolgenden Dehnungsintervallen (siehe Abb. 26 und 27).

Grundsätzlich neu ist in Bereich 3 das Auftreten von Quergleitung. Zunächst kann sie nur vereinzelt festgestellt werden, bei höheren Spannungen bestimmt sie in charakteristischer Weise das Oberflächenbild (Abb. 28 und 29). Die Orientierungsbestimmung ergab, daß es sich bei den Quergleitebenen immer um oktaedrische Flächen handelt; Hinweise auf nichtoktaedrische Gleitung konnten nicht gefunden werden.

b) Vergleiche mit dem Einkristallbereich III

Ein Vergleich unserer Beobachtungen mit denen, die für Bereich III der Einkristall-Verfestigungskurve typisch sind, liegt nahe:

1. Wir finden dieselben Oberflächenerscheinungen, die man bereits von Einkristalluntersuchungen her kennt^{2, 5}.

2. Das Abbiegen der Koerzitivkraft bei wachsender Spannung vom linearen Verlauf wird bei Einkristallen ebenfalls im Verlauf der Kurve $H_c = f(\tau)$ festgestellt^{43, 45}.

3. Der Verfestigungskoeffizient sinkt mit zunehmender Spannung sowohl beim Einkristall wie auch beim Vielkristall.

4. Für den Beginn des Teils III gibt HAASEN⁴⁶ für Nickeleinkristalle (99,98%) bei Zimmertemperatur eine Schubspannung $\tau_{III} = 5,5 \text{ kp/mm}^2$ an. Bei Berücksichtigung eines Orientierungsfaktors von $m = 2$ ergibt das eine effektive Spannung von 11 kp/mm^2 . Unsere dynamischen Ziehversuche weisen bei vergleichbarer Dehngeschwindigkeit und gleichem Reinheitsgrad ein σ_3 von $(10 \pm 1) \text{ kp/mm}^2$ auf, was sehr befriedigend mit den Messungen HAASENS übereinstimmt.

5. Zusätzlich noch drei weitere qualitative Bemerkungen: Bei einer Verformungstemperatur von 90°K erhält HAASEN⁴⁶ für τ_{III} den Wert 14 kp/mm^2 , was einer Spannung σ_3 von 30 kp/mm^2 entspricht. Da unser Meßbereich auf 20 kp/mm^2 begrenzt ist, finden wir bei dieser Verformungstemperatur keinen Übergang zu einem Bereich 3.

Bei einer größeren Verformungsgeschwindigkeit messen wir eine höhere Spannung σ_3 , was auch für τ_{III} bei Einkristallen zutrifft.

Die bekannte Tatsache, daß bei Proben mit Verunreinigungen der Beginn von Bereich III wesentlich später einsetzt, deckt sich mit unseren Messungen an Ni-L, die innerhalb des Meßbereichs keinen Übergang zu einem Teil 3 ergeben.

Wir können somit die für den Beginn von Bereich III der Einkristall-Verfestigungskurve charakteristischen Erscheinungen qualitativ, z. Tl. auch quantitativ nachweisen. Wir glauben damit, den experimentellen Beweis erbracht zu haben, daß der von uns beobachtete Übergang zum Vielkristallbereich 3 derselbe ist wie bei Einkristallen und wesentlich auf dem Einsetzen der thermisch aktivierten Quergleitung beruht.

IV. Vergleich mit Messungen anderer Autoren

In einem einleitenden Kapitel haben wir in einer kurzen Literaturübersicht die für unsere Arbeit wesentlichen Untersuchungen zur Vielkristallplastizität dargestellt. Jetzt fragen wir umgekehrt, inwieweit sich Meßergebnisse anderer Autoren in unsere Bereichseinteilung einordnen lassen.

Für die Untersuchungen von CRUSSARD et al.²⁷ an Aluminium ist diese Einordnung unter Berücksichtigung der bekannten Eigenschaften von Aluminium-Einkristallen gut möglich: Bei der Verformung von Aluminium-Einkristallen geht der Verfestigungsbereich I sofort über in Bereich III mit der charakteristischen Quergleitung; in derselben Weise setzt beim Vielkristall nach dem ersten Verformungsbereich unmittelbar Bereich 3 ein, ohne daß ein Bereich 2 auftritt (vgl. auch KNÖLL und MACHERAUCH⁴⁷). Der Übergangspunkt bei $2,4 \text{ kp/mm}^2$ und $1,4\%$ Dehnung entspricht daher auch in unserer Darstellung einem Übergang von der „inter“-kristallinen zur „intra“-kristallinen Verfestigung.

Falls die thermisch aktivierte Quergleitung erst bei höheren Spannungen einsetzt, wie das für Aluminium bei tiefen Temperaturen, für Kupfer und Nickel bereits bei Zimmertemperatur der Fall ist, soll es nach KOCKS²² auch beim Vielkristall einen dem Einkristallbereich II ähnlichen Verfestigungsbereich geben. Diese Vorstellung stimmt recht gut mit unseren Oberflächenbeobachtungen überein. Doch damit allein kann nach unseren Ergebnissen der Verlauf der vielkristallinen Spannungs-Dehnungs-Kurve in Bereich 2 noch nicht verstanden werden.

⁴⁷ H. KNÖLL u. E. MACHERAUCH, Phys. Stat. Sol. 2, K 237 [1962].

FELTHAM und MEAKIN²⁹, wie auch KNÖLL und MACHERAUCH⁴⁷ beobachten einen linearen Teil in der Spannungs-Dehnungs-Kurve von Kupfer bei Dehnungen bis etwa 1%, den wir bei vielkristallinem Nickel nicht vorfinden. Dieser lineare Teil wird mit dem Einkristallbereich II verglichen. Bei unseren elektronenmikroskopischen Beobachtungen im Verformungsgebiet unter 1% können wir jedoch keine Ähnlichkeit zu den entsprechenden Gleitvorgängen des Einkristalls feststellen.

Während die Deutungsversuche zum Verlauf der vielkristallinen Verfestigungskurve nicht immer mit unseren Ergebnissen übereinstimmen, lassen sich die bisherigen Oberflächenbeobachtungen recht gut einordnen:

BOAS und HARGREAVES⁴⁸, BOAS und OGILVIE⁴⁹, URIE und WAIN⁵⁰ untersuchen die starke Inhomogenität der Verformung innerhalb eines Korns und beobachten, daß die betätigten Gleitsysteme von Ort zu Ort innerhalb eines Kristallits wechseln können. Eine systematische Zuordnung der Oberflächenerscheinungen zur Spannungs-Dehnungs-Kurve wird nicht vorgenommen. Die Folgerungen von HARGREAVES⁵¹, ein Korn in ein Hauptgebiet aufzuteilen, das sich ähnlich wie ein Einkristall verformt, und andere Gebiete, die sich so verformen, daß der Zusammenhalt aller Kristallite gewahrt bleibt, entspricht weitgehend unseren Ergebnissen für Dehnungen über 1%.

Das Einsetzen der plastischen Verformung wird mit Hilfe einer elektrolytischen Ätztechnik von KARASHIMA, FUJIWARA und NAKAMURA⁵² an α -Messing eingehend untersucht. Sie stellen dabei fest, daß die Verformung bevorzugt an Oberflächenkörnern beginnt. Dies ist im Einklang mit unseren Ergebnissen, wie auch die von RAUZIN⁵³ beschriebene Erscheinung, daß Gleitspuren zunächst auf großen Körnern auftreten.

Hingegen liefern unsere Beobachtungen zur Fließgrenze keinen Hinweis dafür, daß an den Korngrenzen von einzelnen Versetzungsaufstauungen Versetzungen in das Nachbarkorn überlaufen oder im Nachbarkorn einzelne Versetzungsquellen aktiviert werden, wie das für die verschiedenen Theorien

zur Fließspannung vorausgesetzt wird (PETCH¹²). Das Überlaufen von Versetzungen geschieht nur dann — was auch OGILVIE⁵⁴ beobachtet —, wenn die Gleitebenen in der Korngrenze aufeinanderpassen, was für besondere Korngrenzenkonfigurationen möglich ist (Zwillingskorngrenze, Kleinwinkelkorngrenze).

Über den Bereich der schwachen Verformungen bis etwa 1% hat KRÖNER²⁶ quantitative Abschätzungen ausgeführt, die wir weitgehend bestätigt finden. So können wir nachweisen, daß Mehrfachgleitung bereits bei Deformationen unter 0,1% auftritt. Der Bereich der Versetzungsaufstauungen an den Korngrenzen geht jedoch bei uns bis etwa 1%; erst von da an beobachten wir ein starkes Einsetzen von Versetzungsaufstauungen auch im Korninnern und den Abbau der Spannungsfelder an den Korngrenzen. Unsere Ergebnisse entsprechen der Erwartung, daß für die vielkristalline Verformung die Vorgänge unter 1% Dehnung besonders wesentlich sind. Auf die Bedeutung dieser Tatsache weisen auch experimentelle Untersuchungen von HORDON, LEMENT und AVERBACH⁵⁵ hin, die für die Verformungsabhängigkeit des E -Moduls und des thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Aluminium Extremwerte bei Dehnungen von 0,1% und 1% beobachten.

An Hand dieser Darstellung sehen wir: Die Bereichseinteilung der Vielkristallverfestigungskurve, zu der uns unsere Messungen und Überlegungen führten, liefert einen Rahmen, in den sich nahezu alle uns bekannten Ergebnisse anderer Autoren zwanglos einfügen.

V. Schlußbemerkung

Wir haben in dieser Arbeit versucht, den experimentellen Grundriß zu schaffen für eine eingehendere quantitative Behandlung des Problems der Vielkristallplastizität kubisch-flächenzentrierter Metalle.

Die experimentellen Ergebnisse legen folgendes Versetzungsmodell der Vielkristallplastizität nahe:

Die Versetzungen breiten sich in Bereich 1 bis nahe an die Korngrenzen aus und führen dort zu Ver-

⁴⁸ W. BOAS u. M. E. HARGREAVES, Proc. Roy. Soc., Lond. A **193**, 89 [1948].

⁴⁹ W. BOAS u. G. J. OGILVIE, Acta Met. **2**, 655 [1954].

⁵⁰ V. M. URIE u. H. L. WAIN, J. Inst. Metals **88**, 153 [1952/53].

⁵¹ M. E. HARGREAVES, J. Austr. Inst. Metals **1**, 125 [1956].

⁵² S. KARASHIMA, H. FUJIWARA u. Y. NAKAMURA, Proc. 1st Jap.

Congr. on Testing Mat., 59 [1958]; Mem. Inst. Sci. Indust. Res. Osaka Univ. **16**, 55 [1959].

⁵³ I. A. R. RAUZIN, Phys. Met. Metallogr. **8** (2), 57 [1959].

⁵⁴ G. J. OGILVIE, J. Inst. Metals **81**, 491 [1952/53].

⁵⁵ M. J. HORDON, B. S. LEMENT u. B. L. AVERBACH, Acta Met. **6**, 446 [1958].

setzungsaufstauungen. Dabei liegt durchwegs Mehrfachgleitung vor.

In Bereich 2 wird der Laufweg der Versetzungen kleiner als die Korndimensionen, es ergeben sich Versetzungsaufstauungen in zunehmendem Maße im Korninnern. Die starke latente Verfestigung von sekundären Gleitsystemen hat zur Folge, daß Gleitungen nur mehr bevorzugt auf einem Gleitsystem stattfinden. Die starken Spannungsfelder an den Korngrenzen, die eine höhere Verfestigung im Vergleich zum Bereich II des Einkristalls bewirken, werden allmählich abgebaut.

Mit dem Einsetzen der thermisch aktivierten Quer-

gleitung von Schraubenversetzungen beginnt Bereich 3. Die Versetzungen können aus ihren Gleitebenen herauswandern und sich auf dazu parallelen Ebenen ausbreiten, was eine weitere Abnahme des Verfestigungskoeffizienten zur Folge hat.

Meinem hochverehrten Lehrer, Herrn Prof. Dr. W. ROLLWAGEN, bin ich außerordentlich dankbar, daß ich in seinem Institut die vorliegende Arbeit anfertigen durfte.

— Mein besonderer Dank gilt Herrn Dr. habil. CHR. SCHWINK, der diese Arbeit anregte und mit stets förderndem Interesse betreute. Für finanzielle Unterstützung und die Bereitstellung von Geräten danke ich der Deutschen Forschungsgemeinschaft.

LEBENS LAUF

Am 5. September 1935 wurde ich, Gerhard Zankl, Sohn des Sparkassendirektors Ludwig Zankl und seiner Frau Else, geb. Moreth, in Bad Reichenhall geboren.

Von 1940 bis 1944 besuchte ich die Volksschule in Bayerisch Gmain und in Bad Reichenhall. 1944 trat ich in die Karls-Oberrealschule Bad Reichenhall über, wo ich im Juli 1953 die Reifeprüfung ablegte.

Im Wintersemester 1953 immatrikulierte ich mich an der Naturwissenschaftlichen Fakultät der Ludwig-Maximilians-Universität München. Am 27. Juli 1956 bestand ich die Vordiplomprüfung in Physik mit der Gesamtnote „sehr gut“. Im Sommer 1957 studierte ich ein Semester lang an der Universität Freiburg i. Br.

Am II. Physikalischen Institut der Universität München begann ich im Januar 1958 mit der Durchführung meiner Diplomarbeit und legte am 24. Februar 1960 die Diplomhauptprüfung in Physik mit der Gesamtnote „sehr gut“ ab. Anschließend war ich am II. Physikalischen Institut der Universität München mit der Anfertigung meiner Dissertationsarbeit beschäftigt.

Am 8. Juni 1962 heiratete ich die Diplompsychologin Gisela Meichsner; am 19. Januar 1963 wurde unsere Tochter Martina geboren.

